第30卷 第9期 材 料 研 究 学 报 Vol. 30 No. 9
2016年9月 CHINESE JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH September 2016

氘和氦离子辐照下CLAM钢的辐照硬化与微结构演变*

付振宇 王泽群 刘平平 魏印平 万发荣 詹 倩

(北京科技大学材料科学与工程学院 北京 100083)

摘 要 结合先进电子显微术和纳米压痕分析, 对低活化马氏体CLAM钢的辐照行为进行了研究。在室温下对CLAM钢进行了单一注D^+、单一注He^+以及先注D^+后注He^+三种方式的离子辐照。纳米压痕硬度结果显示, 离子辐照后的CLAM钢均产生了明显的硬化。通过对纳米压痕硬度曲线的拟合, 得到各离子辐照后的硬化率。结果表明, 注D^+的辐照硬化程度最低, 而注He^+与D^+、He^+共同辐照的硬化程度均很明显。微观结构分析表明, 沿离子注入深度方向, 辐照缺陷密度逐渐增加然后减少; 在注入深度峰值附近, 产生了数密度较多的缺陷。对于单独注入He^+离子以及先注D^+后注入He^+的CLAM钢, 都产生了大量细小弥散的He泡, 并且由于离子协同效应后者出现深度较浅的泡; 单独注入D^+的CLAM钢, 并没有出现泡。注He^+样品中既有位错环也有He泡, 硬化效应比只有位错环的注D^+样品明显; 而先注D^+后注He^+的样品, 由于注D^+产生的缺陷在后续注He^+时会有一定的回复, 硬化效果不是注D^+和注He^+的简单叠加, 体现出协同效应。

关键词 金属材料, CLAM钢, 辐照效应, 缺陷分布, 泡

分类号 O77 文章编号 1005-3093(2016)09-0641-08

Irradiation Hardening and Defects Distribution in CLAM Steel under Deuterium and Helium Ion Irradiation

FU Zhenyu WANG Zequn LIU Pingping WEI Yinping WAN Farong ZHAN Qian**

(School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

*Supported by National Magnetic Confinement Fusion Program Nos. 2014GB104003 & 2014GB120001, National Natural Science Foundation of China No. 51371031.

Manuscript received September 7, 2015; in revised form March 24, 2016.

**To whom correspondence should be addressed, Tel: (010)62333580, E-mail: qzhan@mater.ustb.edu.cn

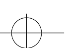
ABSTRACT The irradiation behavior of a China low activation martensitic (CLAM) steel was investigated by advanced transmission electron microscopy combined with nano-indentation measurement. The CLAM steel was irradiated by single-(D^+), single-(He^+) and sequential-(D^+ plus He^+ subsequently) ions respectively at room temperature. The nano-indentation hardness results show that all of the irradiated specimens exhibited obvious hardening. The irradiation hardening rate was obtained for each specimens by fitting the experimental data using the modified NGK model, in which D^+ implanted samples had the lowest radiation hardening level while the one for He^+ injection and D^+ + He^+ implanted samples were significant. The microstructure analysis indicates that the defect density gradually increased first and then decreased along the implantation depth direction. High-density irradiation induced defects were present at the vicinity of the implantation peak depth. Homogeneously distributed fine bubbles were observed in both single-(He^+) and sequential-(D^+ plus He^+ subsequently) irradiated samples with the bubble appearance at shallower depth for the latter ones because of the synergistic effect. No bubbles were found in single-(D^+) irradiated samples. The hardening rate of He^+ implanted samples, in which both dislocation loops and helium bubbles occurred, is greater than D^+ implanted samples. In D^++He^+ irradiated samples, certain defects occurred by D^+ will recover when the samples are being irradiated by He^+. Therefore, the hardening rate of D^++He^+ irradiated samples is not equivalent to the rate of D^+ irradiated samples plus He^+

* 国家磁约束核聚变发展研究专项2014GB104003、2014GB120001和国家自然科学基金51371031资助。

2015年9月7日收到初稿; 2016年3月24日收到修改稿。

本文联系人: 詹 倩, 教授

DOI: 10.11901/1005.3093.2015.529



irradiated samples. Irradiation hardening results from the synergistic reaction.

KEY WORDS metallic materials, CLAM steel, irradiation effect, defects distribution, bubble

核聚变能被认为是未来实现生产绿色清洁低碳能源的最有前景的选择之一, 低活化铁素体/马氏体钢RAFM (Reduced activation ferritic/martensitic) 具有低的热膨胀系数、高的热导率、低活化性和良好的抗辐照肿胀性能, 而成为聚变堆第一壁和包层的主要候选结构材料[1]。RAFM钢已经被日本、美国和欧洲研究开发了大约二十几年, 包括F82H, JLF-1, ORNL-9Cr2WVTa和EUROFER97 [2-4], 近年来, 中国在9Cr1.5WVTa的基础上也已经开发了具有自主知识产权的低活化马氏体钢——CLAM (China Low Activation Martensitic) 钢[5, 6]。

对聚变堆中的辐照环境而言, 结构材料如第一壁/包层材料的辐照损伤主要表现在两个方面: 一方面是由核聚变反应放出的14 MeV高能中子入射引起的原子级联碰撞所导致的材料晶格原子离位; 另一方面是由高能中子诱发核嬗变反应产生的气体杂质(主要是H和He)在材料中沉淀。在未来聚变原型堆和商用堆中, 由于高能中子辐照引起的材料原子离位损伤的速率将是目前商用裂变堆情形的10倍以上, 而氢、He^+等气体杂质的产生速率更高, 在第一壁和包层材料将达到400-2000 appm/1MW 年/m^2 [7]。因此, 结构材料在苛刻工作环境下的服役情况亟待进行深入的研究。材料经辐照损伤后, 会产生大量的间隙原子以及空位, 间隙原子可能会产生偏析以及形成位错或者位错环, 而空位可能形成空洞、层错四面体、位错以及位错环等[8]。在核反应堆内, 14 MeV的中子束与聚变堆结构材料核嬗变反应产生的氢、He将会导致结构材料的微观结构和力学性能(比如引起材料的脆化与肿胀)产生很大的变化。此外, 核聚变反应中存在着氘和氚, 这些氢的同位素气体元素与辐照缺陷结合在一起, 对材料的辐照性能会产生巨大的影响。例如, 氘被辐照产生的点缺陷捕获后, 可能形成不同种类的氘与缺陷的复合体[9]。因此, 为了探索辐照相关的物理和力学性能的演化, 研究氢及其同位素与He^+元素的辐照效应是很有必要的。

通常, 研究聚变堆结构材料的抗辐照性能主要是通过各辐照模拟手段, 包括离子辐照、电子辐照、中子辐照以及等离子体辐照等。由于离子辐照具有辐照剂量大、辐照参数易于调节和诱发放射性小等优点, 而被广泛用于研究聚变堆结构材料的辐照损伤问题。材料经过离子辐照之后, 辐照的微观结构缺陷以及力学性能沿着离子注入深度方向具有怎样的分布规律, 一直是研究者们关注的重点[10, 11]。纳米显微力学探针是研究材料微区力学性能的一种有力工具, 它能连续地记录载荷和位移数据, 实验载荷可以小至微克数量级。不仅可以研究第二相粒子、晶界, 而且还可以研究复合材料, 由于纳米显微力学探针拥有高位移精度非常适合于分析各种薄膜材料和表面改性材料的微区力学性能。纳米力学探针近些年来开始广泛应用于小块体材料的力学性能测试[12, 13]。在本研究工作中, 选择CLAM钢为实验用材料, 采用D^+、He^+注入的手段, 后续进行透射电镜截面样品的制备来获得微观结构的信息, 通过纳米力学探针测量力学性能结合透射电镜的微结构分析, 来研究离子辐照后材料的辐照损伤问题, 特别是D^+及He^+与辐照缺陷的相互作用对材料结构及性能沿辐照深度的影响, 很好地揭示了宏观力学性能与微观结构的相互关系。其中, 将辐照后的材料看成是硬薄膜软基体系统, 应用本研究组改良的模型, 很好地拟合并解释了纳米力学探针测得的较为复杂的实验数据, 期待该方法也可广泛用于其它辐照材料体系。

1 实验方法

1.1 样品制备和离子辐照

使用高纯金属在真空感应炉中熔炼成5 kg的CLAM钢铸锭。钢锭经过车削去皮后再进行化学成分分析, 其化学成分为(质量分数): Cr(8.90%), Mn (0.44%), C(0.10%), W(1.49%), V(0.21%), Ta(0.07%), Si(0.21%), Fe(Bal.)。将去皮后的铸锭在1473 K热加工成棒材, 热处理工艺流程为加热至1253 K保温30 min后水冷淬火; 然后1033 K保温90 min后空冷回火。

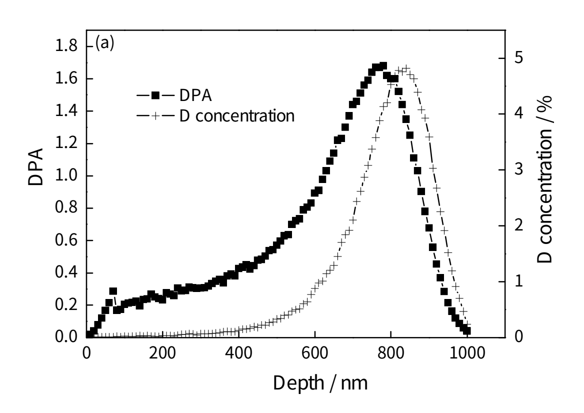
块体CLAM钢样品的D^+、He^+离子辐照实验在中科院半导体所LC-4型高能离子注入机上进行。采用三种注入方式: (1) 只注D^+离子; (2) 先注D^+离子随后再注He^+离子; (3) 只注He^+离子。表1为具体的离子辐照的实验参数。值得注意的是, 各能量选择是为了保证离子注入深度相同, 便于实验结果的对比, 见图1的SRIM模拟结果。

SRIM软件是一种基于Monte Carlo方法较为成熟且广泛使用的模拟软件[14], 采用SRIM软件进行CLAM钢的D^+、He^+离子注入模拟, 得到了原子平均离位(Displacements Per Atom, DPA)、D^+、He^+离子的浓度随深度变化的关系曲线, 如图1所示。


表1 辐照实验主要参数

Table 1 Irradiation condition

Ion irradiation	Fluence / ions•cm^{-2}	Temperature / ℃	Energy / keV
D^+	1×10^{17}		150
He^+	5×10^{16}	room temperature	380
D^++He^+	1×10^{17}+5×10^{16}		150/380



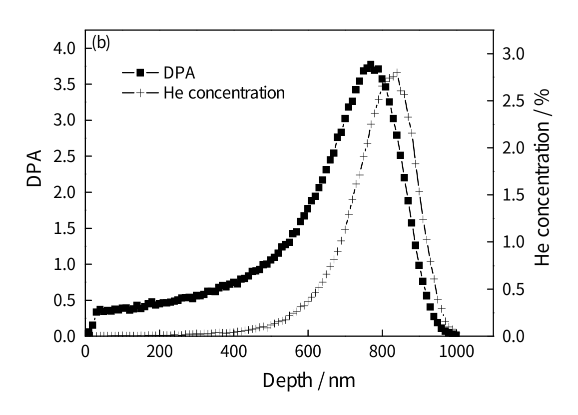


图1　SRIM软件模拟计算D^+离子、He^+离子的DPA与浓度随注入深度变化曲线 (a) D^+离子注入; (b) He^+离子注入

Fig.1 DPA and ion concentration curves based on SRIM (a) D^+ irradiation; (b) He^+ irradiation

按照标准截面样品的制备方法, 将离子注入后的块状样品进行切割、辐照面对粘、机械减薄、粘铜环、凹坑、离子减薄等步骤, 制备得到截面方向的透射电镜样品。对平面和截面样品, 采用Technai F20型场发射透射电子显微镜进行了微观结构分析。

1.2 纳米压痕硬度测试

纳米压痕测试采用Nano Indenter XP型纳米力学探针。采用连续刚度法[15], 对离子注入前后的样品进行纳米压痕硬度测试, 压头为Berkovich三棱锥压头, 纳米压痕深度1500 nm。

考虑到靠近表面的压痕数据误差较大和压痕尺寸效应[16, 17], 选择50 nm以后的数据点, 采用针对离子辐照材料系统的修正NGK模型[18], 即一个关于复合层系统的硬度伴随压痕深度变化的关系式, 对实验数据进行拟合。图2描述了纳米压痕压头压入辐照材料的过程, 其中t_0为辐照层厚度; d为压痕对角线长度; θ为压头锥面与样品表面之间的夹角; h为压头压入深度。

该模型可描述为[18]:

$$H_C=\frac{H_L-H_S}{1+k\left(\frac{h}{t}\right)^2}+H_S+\frac{A}{h}$$

式中, H_C为辐照材料系统的复合硬度; H_L为辐照材料系统的硬化层(薄膜)硬度; H_S为辐照材料系统的未辐照层(基体)硬度; k为一个表征硬度改变的常

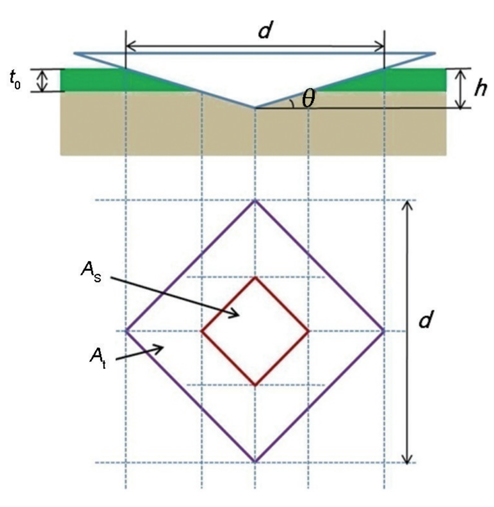


图2　压头压入材料的剖面图和压头的俯视投影图

Fig.2 Cross section and top view of indenter

数, 由于压头从硬薄膜至软基体通过, 从而构成了薄膜基体系统的一个重要的特点; A为压痕尺寸效应项; A/h为这一项构成了压痕尺寸效应行为的形成; t=f(t_0), A=$a\cdot H_S$, 是一个与压痕尺寸效应有关的参数。

2 结果与讨论

2.1 纳米压痕硬度和硬化率

注D^+、He^+、D^++He^+前后的纳米压痕硬度随深度变化的曲线如图3所示。相比未辐照样品, 经离子辐照后的样品, 其硬度值均得到显著增加, 说明离子

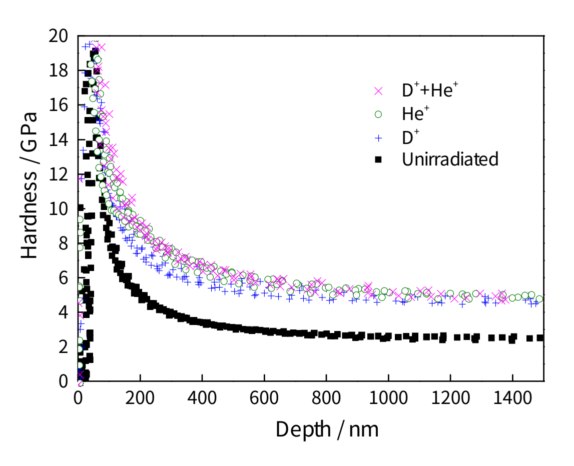


图3 注D^+、He^+、D^++He^+前后的CLAM钢纳米压痕硬度随深度变化的曲线

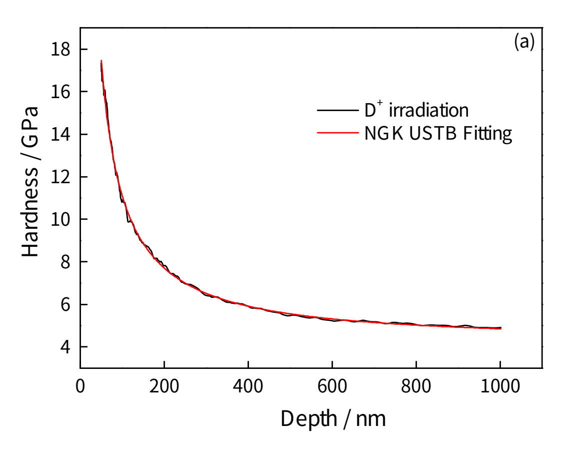
Fig.3 Nano hardness curves of irradiated and unirradiated CLAM

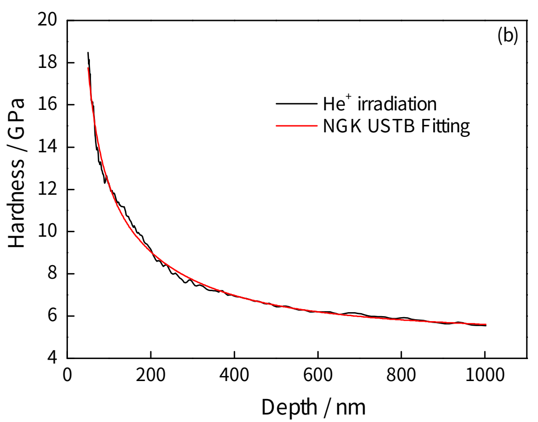
注入后的CLAM钢发生了明显的硬化效应。从图3中可以看出, 只注He^+与先注D^+随后再注He^+的硬化效果较为明显, 且两者没有显著的差别; 而只注D^+的硬化效果略低。

应用修正的NGK模型拟合本文实验数据, 拟合曲线与纳米压痕硬度深度实验曲线匹配完好, 如图4所示。并得到了所研究材料体系的辐照层硬度H_L和基体硬度H_S值及各相应拟合参数, 结果列于表2。由表中数据可知, 不管是哪种离子注入都产生了较为明显的辐照硬化效应, 不同样品的辐照硬化率($\frac{H_L - H_S}{H_S}$)为: 注D^+17.0%, 注He^+44.1%, 先注D^+后注He^+58.3%。可见注D^+的辐照硬化程度最低; 注He^+与D^+、He^+共同辐照的硬化程度均很明显, 且较为接近。具体将与后面微结构演变相结合, 分析讨论见后。

2.2 透射电镜观察

图5a为离子注入前CLAM钢的原始TEM像。其显微结构为板条马氏体组织, 在晶界和晶内都观察到析出物。晶界上的析出物呈条状, 尺寸偏大, 主要在100~130 nm范围内, 如图中箭头所示; 而晶内的析出物主要为球形, 尺寸较小, 约20~60 nm, 如箭头所示。析出物相应的电子衍射谱分别列于图5b





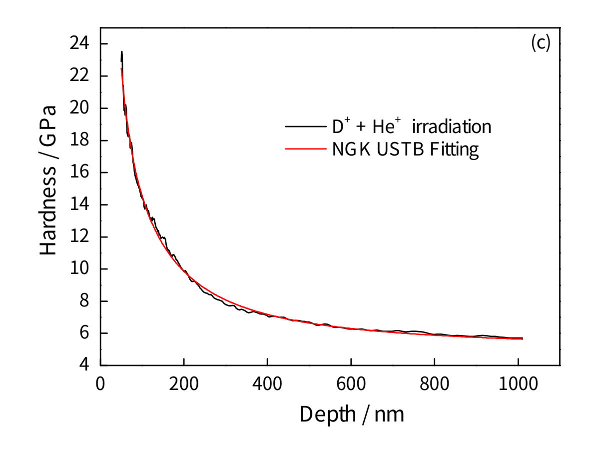


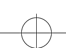
图4 离子辐照后的CLAM钢经过NGK模型计算拟合的纳米硬度随深度变化曲线 (a) D^+离子辐照; (b) He^+离子辐照; (c) D^+离子+He^+离子辐照

Fig.4 NGK model fitting curves of irradiated CLAM steel (a) D^+ irradiated; (b) He^+ irradiated; (c) D^++He^+ irradiated

表2 根据修正模型计算H_L和H_S值

Table 2 H_L, H_S based on NGK model

Ion irradiation	H_L	H_S	A	k	t
He^+	7.06724	4.90348	538.6809	0.00258	14.41192
D^+	4.90441	4.19019	634.188	0.04355	38.9387
D^++He^+	7.60068	4.80226	757.6145	0.00368	11.06666



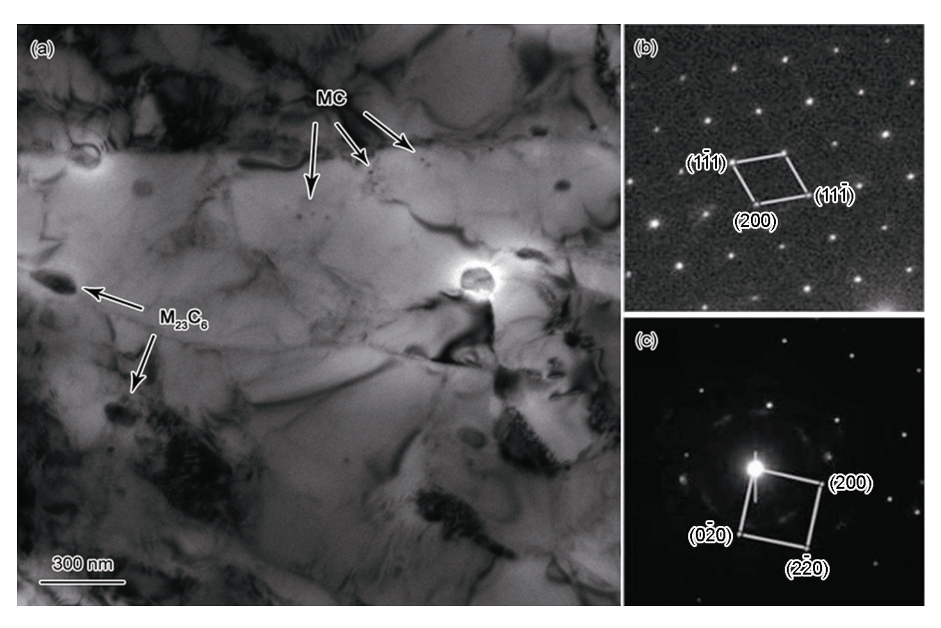


图5 离子注入前CLAM钢的原始微观组织、$M_{23}C_6$相和MC相的电子衍射谱

Fig.5 TEM image of microstructure in unirradiated CLAM steel (a); EDPs of $M_{23}C_6$ (b) and MC (c)

和5c, 结合能谱分析结果, 可知与通常的低活化铁素体/马氏体钢一样[19, 20], 晶界析出物为富Cr的$M_{23}C_6$相, 而分布在晶内的小尺寸析出物是富Ta的MC相。

2.2.1 D^+离子注入后CLAM钢沿深度方向的微观结构　为分析D^+注入后, 沿注入深度方向的材料中缺陷的分布变化情况, 进行横截面透射电镜微观组织观察分析, 如图6所示, 可以观察到密集的位错环。高能离子注入, 会引入许多点缺陷(间隙原子和空位)及缺陷团簇, 并在随后的级联碰撞中发展成位错环等辐照缺陷。大量位错环等晶体缺陷的存在, 使纳米力学探针压入时产生的几何必需位错的运动受到阻碍, 辐照层的硬度增加, 所以离子辐照会产生显著的辐照硬化效应, 如前面纳米压痕分析结果所示。由于D^+注入剂量较小, 未形成可观测到的D泡。

2.2.2 He^+注入后CLAM钢的微观结构　CLAM钢注入He^+后, 沿深度方向分布的横截面微观组织示于图7。

在离子注入深度较浅时He^+浓度低, 所以没有He^+泡的形成, 如图7c所示, He^+浓度也可由SRIM模拟结果验证。当注入深度达到约600 nm左右时(图7d), He泡开始出现。由于是室温下进行He^+注入, 产生的He泡尺寸很小, 一般不容易长大; 在本实验参数(如注入剂量)下, 也难以见到很大尺寸的He泡, 且He泡合并的现象基本没有观察到, 主要是细小的高密度He泡紧密相邻。800 nm左右时(图7e), He泡尺寸约1.3 nm, 且密度最大, 在SRIM软件模拟计算结果中He^+的浓度

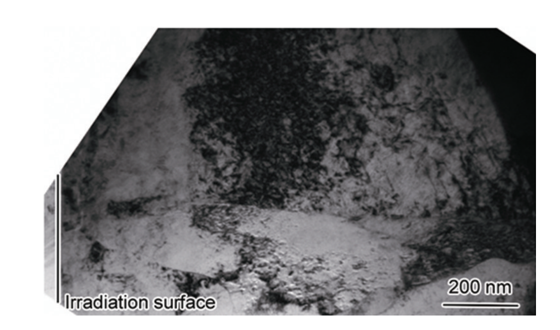


图6 CLAM钢经过D^+辐照后的截面组织的微观形貌像

Fig.6 Cross-section TEM image of CLAM after D^+ irradiation

峰值深度约800 nm左右, 与实验结果相一致。随注入深度的增加, He泡尺寸逐渐增大, 而密度逐渐减小。图7f中(注入深度约1000 nm) He泡尺寸达到2.2 nm。

2.2.3 先注D^+后注He^+的CLAM钢微观结构　相比前面单独注入He^+离子的样品, 先注D^+后注He^+的样品中, 出现He泡深度略浅, 约300 nm左右深度开始观察到He泡的出现, 如图8b所示。大量细小弥散的He泡均匀分布于基体中, 平均尺寸约1.5 nm。当注入深度约500 nm时(图8c), He泡的密度很大, 平均尺寸约1.8 nm; 注入深度大于600 nm时, He泡平均尺寸约为2 nm(图8d)。He泡在更浅的深度出现, 其原因主要是由于D^+和He^+注入的协同效应: 注D^+后, CLAM钢内部产生了许多缺陷以及缺陷团簇。在随后He^+的注入过程中, 由于He是一种非常轻的原子, 容易与空位结合形成稳定的He-空位复合体[21, 22], 所以之前D^+注入而诱发的大量缺陷以及缺陷团簇作为陷阱将优先捕获并吸收部分He原子, 随着后续

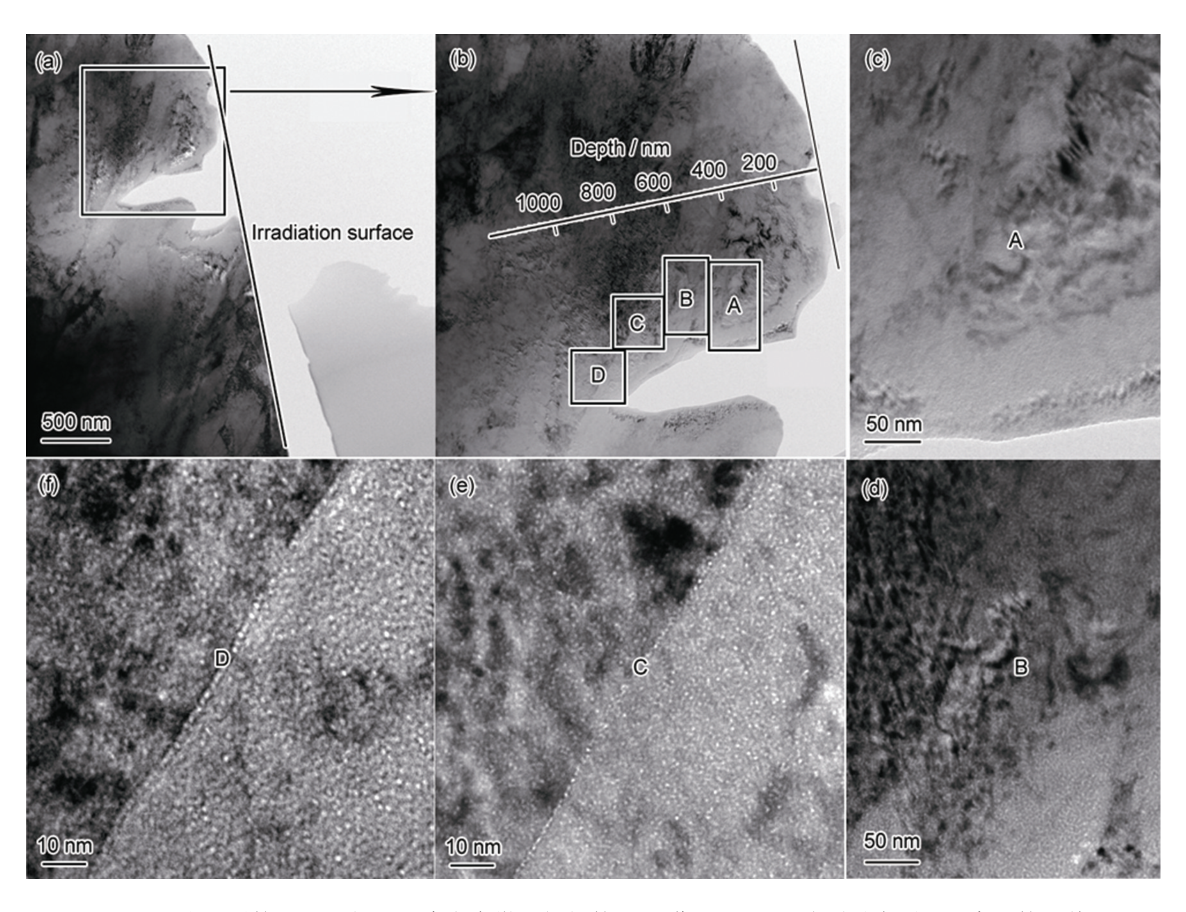


图7 He^+注入后的CLAM钢沿深度方向微观组织的TEM像(c)(d)(e)(f)分别对应不同深度处的形貌

Fig.7 Cross-section TEM image of microstructure in CLAM after He^+ irradiation (a, b), and corresponding to different depth area (c-f)

He^+的注入, He-空位复合体扩散、聚集并长大, 所以在相对较浅的深度首先出现了He泡(图8b)。同时, He^+离子的注入, 也将与材料基体点阵产生强烈的相互作用而诱发新的缺陷以及缺陷团簇, 但它们有可能与预注入D^+诱发的缺陷复合, 因此先注D^+后注He^+的硬化程度并不是单独注D^+和单独注He^+的简单叠加, 表现出一定的协同效应。

2.3 性能与结构相互关系

纳米压痕硬度不能真实反映某一深度处的真实硬度(存在压痕尺寸效应), 所以同一样品不同深度处的纳米压痕硬度值无法与微结构直接对应, 通过不同辐照条件下样品的辐照层硬化率(模型拟合得到)和微观结构相对比, 可知缺陷对于材料的硬度具有正贡献。硬化层SRIM模拟结果(图1)显示, 同样辐照深度下, D^+辐照损伤程度较小(DPA峰值约1.8), 而He^+辐照损伤程度较大(DPA峰值约3.8)。所以相应地, 由于D^+注入而产生的辐照缺陷数量相对来说最少, 而He^+注入诱发的辐照缺陷大大增加。对于先注D^+后注入He^+, 如前所述, 辐照损伤行为并不是单一注入D^+和He^+的简单叠加, 而是表现出一定的协同效应。

实际上, 辐照硬化与损伤层中形成的缺陷有关。由于辐照而诱发的缺陷有可观察到的位错环和泡, 还有由于受到透射电镜分辨率限制或者透射电镜样品自身影响而看不到的空位和间隙原子等。这些缺陷作为钉扎点会阻碍位错的移动, 这种阻碍作用要大于完美晶格对位错的阻碍作用, 所以对材料的硬度具有正的贡献。

微结构研究表明, 单一D^+辐照后产生了位错环等辐照缺陷, 钉扎位错, 大大增加了位错移动的阻力, 从而使得材料的强度上升而引起辐照硬化。单一He^+注入后, 除了阻碍位错运动的位错环, 还产生了大量弥散分布的细小He泡。因此, He泡的形成进一步阻碍了位错的运动, 使硬化效应增强, 所以单独注He的辐照硬化效应高于单独注D^+的样品。对于先注D^+再注He^+的样品, D^+的预先注入诱发了大量点缺陷如间隙原子和空位, 以及缺陷团簇; 这些缺陷很有可能与随后的He^+注入诱发的新缺陷复合, 所以先注D^+再注He^+样品的硬化效应并不是两者的单一叠加, 而是比单独注He^+的略高。

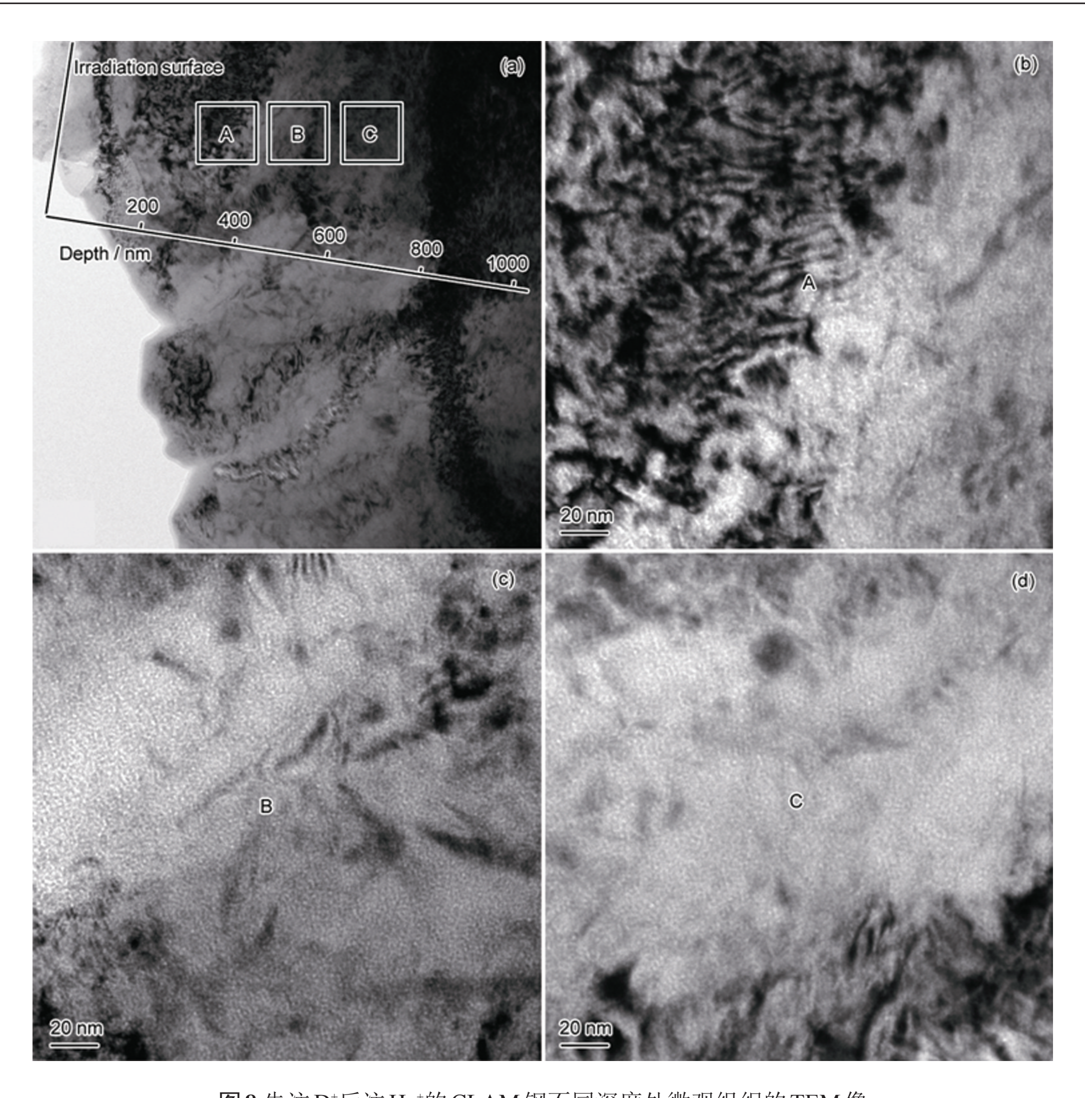


图8 先注D^+后注He^+的CLAM钢不同深度处微观组织的TEM像

Fig.8 Cross-section TEM images of CLAM after H^++ He^+ irradiation (a), and microstructures of different depth area (b-d)

3 结　论

注D^++He^+的硬化率最高; 单独注He^+的硬化率略小; 而单独注D^+的硬化率最小。表现为离位损伤越大的产生的缺陷越多, 辐照硬化效应越明显。对于先注D^+后注He^+样品, 一部分注D^+产生的缺陷在注He^+时复合, 导致其硬度并不是单独注D^+和He^+的简单叠加, 体现出二者的协同作用。协同作用在微观结构上体现为先注D^+后注He^+的样品中He泡在更浅的深度形成。

参 考 文 献

1　T. Muroga, M. Gasparotto, S. Zinkle, Overview of materials research for fusion reactors, Fusion Engineering and Design, **61**, 13 (2002)

2　S. Jitsukawa, M. Tamura, B. Van der Schaaf, R. Klueh, A. Alamo, C. Petersen, M. Schirra, P. Spaetig, G. Odette, A. Tavassoli, Development of an extensive database of mechanical and physical properties for reduced-activation martensitic steel F82H, Journal of Nuclear Materials, **307**, 179(2002)

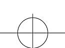
3　H. Sakasegawa, T. Hirose, A. Kohyama, Y. Katoh, T. Harada, K. Asakura, Microstructural stability of reduced activation ferritic/martensitic steels under high temperature and stress cycling, Fusion Engineering and Design, **61**, 671(2002)

4　J. Rensman, E. Lucon, J. Boskeljon, J. Van Hoepen, R. Den Boef, P. Ten Pierick, Irradiation resistance of Eurofer97 at 300 C up to 10 dpa, Journal of Nuclear Materials, **329**, 1113(2004)

5　Q. Huang, C. Li, Y. Li, M. Chen, M. Zhang, L. Peng, Z. Zhu, Y. Song, S. Gao, Progress in development of China low activation martensitic steel for fusion application, Journal of Nuclear Materials, **367**, 142(2007)

6　Q. Huang, C. Li, Q. Wu, S. Liu, S. Gao, Z. Guo, Z. Yan, B. Huang, Y. Song, Z. Zhu, Progress in development of CLAM steel and fabrication of small TBM in China, Journal of Nuclear Materials, **417**, 85(2011)

7　ZHANG Chonghong, Research on irradiation damage of candidate structure materials for fusion reactor, Academic Report of the National Physical and Chemical Examination of Nonferrous Metals, (2011)
(张崇宏, 聚变堆候选结构材料辐照损伤的研究, 全国有色金属理



化检验学术报告会论文集(2011))

8 QIAO Jiansheng, HUANG Yina, XIAO Xin, WAN Farong, LONG Yi, Effect of hydrogen ion irradiation on the microstructure of CLAM steel, Journal of University of Science and Technology Beijing, **31**, 842(2009)
(乔建生, 黄依娜, 肖 鑫, 万发荣, 龙 毅, 氢离子辐照对CLAM钢微观结构的影响, 北京科技大学学报, **31**, 842(2009))

9 HUANG Yina, WAN Farong, QIAO Jiansheng, XIAO Xin, S. Ohnuki, N. Hashimoto, Behavior of defects in deuterium ions implanted reduced activation martensitic steel under electron irradiation, Atomic Energy Science and Technology, **44**, 681(2010)
(黄依娜, 万发荣, 乔建生, 肖 鑫, S. Ohnuki, N. Hashimoto, 注D^+低活化马氏体钢在电子辐照下的缺陷行为, 原子能科学技术, **44**, 681(2010))

10 M. Ando, H. Tanigawa, S. Jitsukawa, T. Sawai, Y. Katoh, A. Kohyama, K. Nakamura, H. Takeuchi, Evaluation of hardening behaviour of ion irradiated reduced activation ferritic/martensitic steels by an ultra- micro- indentation technique, Journal of Nuclear Materials, **307**, 260(2002)

11 P. D. Edmondson, C. M. Parish, Y. Zhang, A. Hallén, M. K. Miller, Helium bubble distributions in a nanostructured ferritic alloy, Journal of Nuclear Materials, **434**, 210(2013)

12 Y. Takayama, R. Kasada, Y. Sakamoto, K. Yabuuchi, A. Kimura, M. Ando, D. Hamaguchi, H. Tanigawa, Nanoindentation hardness and its extrapolation to bulk-equivalent hardness of F82H steels after single-and dual-ion beam irradiation, Journal of Nuclear Materials, **442**, S23(2013)

13 K. Yabuuchi, Y. Kuribayashi, S. Nogami, R. Kasada, A. Hasegawa, Evaluation of irradiation hardening of proton irradiated stainless steels by nanoindentation, Journal of Nuclear Materials, **446**, 142 (2014)

14 James F. Ziegler, SRIM-2003, Nuclear instruments and methods in physics research section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, **219-220**, 1027(2004)

15 W. C. Oliver, G. M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of Materials Research Home, **7**, 1564(1992)

16 K. Durst, B. Backes, M. Göken. Indentation size effect in metallic materials: correcting for the size of the plastic zone, Scripta Materialia, **52**(11), 1093(2005)

17 W. D. Nix, H. Gao, Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **46**(3), 411, (1998)

18 P. P. Liu, F. R. Wan, Q. Zhan, A model to evaluate the nano-indentation hardness of ion-irradiated materials, Nuclear instruments and methods in physics research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, **342**, 13(2015)

19 M. Z. Zhao, J. W. Bai, Y. M. Zhu, F. R. Wan, Q. Zhan, In-situ observation of the effect of the precipitate/matrix interface on the evolution of dislocation structures in CLAM steel during irradiation, Fusion Engineering and Design, **89**, 2759(2014)

20 P. P. Liu, M. Z. Zhao, Y. M. Zhu, J. W. Bai, F. R. Wan, Q. Zhan, Effects of carbide precipitate on the mechanical properties and irradiation behavior of the low activation martensitic steel, Journal of Alloys and Compounds, **579**, 599(2013)

21 K. Morishita, R. Sugano, B. D. Wirth, MD and KMC modeling of the growth and shrinkage mechanisms of helium-vacancy clusters in Fe, Journal of Nuclear Materials, **323**, 243(2003)

22 K. Morishita, R. Sugano, B. D. Wirth, T. Diaz de la Rubia, Thermal stability of helium - vacancy clusters in iron, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, **202**, 76(2003)

